

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2000-246741

(43)Date of publication of application : 12.09.2000

(51)Int.Cl.

B29C 39/02
 B29C 33/60
 B29C 39/26
 C08K 5/521
 C08L 33/04
 // G02B 3/00
 B29L 11:00

(21)Application number : 11-048924

(71)Applicant : KUREHA CHEM IND CO LTD

(22)Date of filing : 25.02.1999

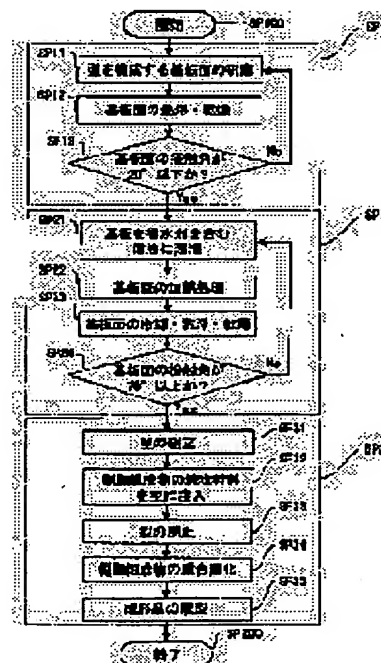
(72)Inventor : KOIZUMI TOMOYOSHI
 MACHIDA KATSUICHI
 KATONO HIROKI
 SHOJI MASUHIRO

(54) MOLDING METHOD OF RESIN COMPOSITION

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To allow the releasability of a molded article to be improved in comparison with conventional one.

SOLUTION: This is a molding method of obtaining a molded article by injecting and then solidifying polymerizable resin-containing liquid material in a mold, and it comprises the steps of a first process (a step SP1) polishing the material-contact surface in the mold in use of a polishing agent and making a contact angle of the surface 20° C or lower, a second process (a step SP2) of giving a water repellent treatment to the polished surface by the use of a water repelling agent and rendering a contact angle of the surface 70° or more, and a process (a step SP3) of injecting material in a mold having the water repellent-treated surface, polymerizing and solidifying the material through chemical reaction to then transfer configurations of the mold to solidified material before obtaining a desired molded article.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

BEST AVAILABLE COPY

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision
of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's
decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号
特開2000-246741
(P2000-246741A)

(43) 公開日 平成12年9月12日 (2000.9.12)

(51) Int.Cl.⁷

識別記号

F I

キーワード* (参考)

B 2 9 C 39/02

B 2 9 C 39/02

4 F 2 0 2

33/60

33/60

4 F 2 0 4

39/26

39/26

4 J 0 0 2

C 0 8 K 5/521

C 0 8 K 5/521

C 0 8 L 33/04

C 0 8 L 33/04

審査請求 未請求 請求項の数 8 O L (全 13 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号

特願平11-48924

(22) 出願日

平成11年2月25日 (1999.2.25)

(71) 出願人 000001100

呉羽化学工業株式会社

東京都中央区日本橋堀留町1丁目9番11号

(72) 発明者 小泉 智義

福島県いわき市錦町落合16 呉羽化学工業
株式会社錦工場内

(72) 発明者 町田 克一

福島県いわき市錦町落合16 呉羽化学工業
株式会社錦工場内

(74) 代理人 100088155

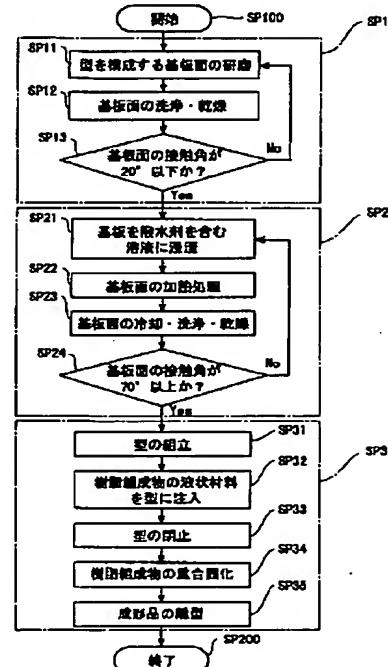
弁理士 長谷川 芳樹 (外2名)

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 樹脂組成物の成形方法

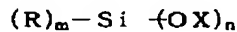
(57) 【要約】

【課題】 従来に比して成形品の離型性を向上することを可能にする樹脂組成物の成形方法を提供する。

【解決手段】 重合性樹脂を含有する液状材料を型に注入し、固化させて成形品を得る成形方法であって、型における材料が接する表面を研磨剤を用いて研磨してこの表面の接触角を 20° 以下とする第1の工程 (ステップSP1) と、研磨された表面に撥水剤を用いて撥水处理を施してこの表面の接触角を 70° 以上とする第2の工程 (ステップSP2) と、撥水处理された表面を有する型に材料を注入し、化学反応によりその材料を重合させて固化させ、型の形状を固化した材料に転写させて所望の成形品を得る第3の工程 (ステップSP3) とを備える。

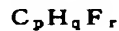
【特許請求の範囲】

【請求項1】 重合性樹脂を含有する液状材料を型に注入し、固化させて成形品を得る成形方法であって、前記型における前記材料が接する表面を研磨剤を用いて研磨して該表面の接触角を 20° 以下とする第1の工程と、
前記研磨された表面に撥水剤を用いて撥水处理を施して該表面の接触角を 70° 以上とする第2の工程と、
前記撥水处理された表面を有する前記型に前記材料を注入し、化学反応により前記材料を重合させて固化させ、*10
式(1)



【但し、Rは下記式(2)で表される基を示し、また、 $m+n$ は4、 $m=1\sim3$ の整数である。

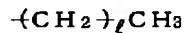
式(2)



【但し、 p は2~20の整数であり、 q 及び r は0又は正の整数であり
且つ $q+r=2p+1$ の関係を有する。】

また、Xは水素原子又は下記式(3)で表される基を示す。

式(3)



【但し、 l は0又は1~4の整数である。】】

【請求項3】 前記型は、ガラスより成る基板を有することを特徴とする請求項1又は2記載の成形方法。

【請求項4】 前記第1の工程は、研磨対象である前記表面にアルカリ性物質を付着させて該表面をアルカリ性雰囲気とした状態で研磨剤を用いて研磨することによって実施されることを特徴とする請求項1~3のいずれか一項に記載の方法。

【請求項5】 前記研磨剤は、アルミナ、酸化セリウム、酸化クロム及びダイヤモンドのうち少なくとも一物質から成る粉体又は該粉体を含むペーストであることを

*前記型の形状を固化した材料に転写させて所望の成形品を得る第3の工程と、
を備えることを特徴とする樹脂組成物の成形方法。

【請求項2】 前記第2の工程において、前記撥水剤は下記式(1)で表されるケイ素含有化合物を含有する溶液であり、前記第1の工程で研磨された表面に前記撥水剤を接触させた後、加熱処理を施すことによって前記表面の接触角を 70° 以上とすることを特徴とする請求項1記載の方法。

【化1】

特徴とする請求項1~4のいずれか一項に記載の方法。

【請求項6】 前記粉体の平均粒径は、 $2.0\mu m$ 以下であることを特徴とする請求項5記載の方法。

【請求項7】 前記樹脂は、下記式(4)で表されるリン酸エステル化合物と、銅イオンを主成分とするイオン性金属成分とを含有して成り、前記成形品は、近赤外領域の光を吸収し且つ可視領域の光を透過させる光学フィルタであることを特徴とする請求項1~6のいずれか一項に記載の方法。

【化2】

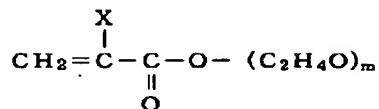
3
式 (4)

4



〔但し、Rは下記式 (5) で表される基を示し、n は1又は2である。〕

式 (5)



〔但し、Xは水素原子又はメチル基を示し、mは1～5の整数である。〕〕

【請求項8】 前記樹脂は、アクリル系樹脂であることを特徴とする請求項7記載の方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、樹脂組成物の成形方法に関し、詳しくは重合性樹脂を含有する液状材料を型に注入し、固化させて成形品を得る成形方法に関する。

【0002】

【従来の技術】プラスチック製品等の成形方法として、重合性樹脂を含有する材料を型に注入し、化学反応によりこの材料を重合固化させ、その型の形状を固化した材料に転写させて所望の成形品を得る方法が広く利用されている。従来、このような成形方法を用いて、例えば眼鏡レンズ等の小型の成形品を成形する際には、材料と接する型の表面を鏡面となるように研磨し、成形品が型から剥離し易いようにしていた。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】しかし、例えば数十センチメートル四方の板材のような大型の成形品を得る場合に、そのような大型の型の表面に上記従来の鏡面研磨処理を施すのみでは、成形品の良好な離型性が十分には得られず、成形品が型に固着したり、さらに重合収縮によってひび割れが生じてしまうという課題があった。

【0004】そこで、本発明はこのような課題に鑑みて、従来に比して成形品の離型性を向上することを可能にする樹脂組成物の成形方法を提供すること目的とする。

【0005】

【課題を解決するための手段】上記目的を達成すべく、本発明者らは鋭意研究を重ねた結果、所定の接触角となるように研磨された表面に、所定の接触角となるように撥水処理が施された型を用いると、従来の型を用いたときには型との固着により離型できなかった重合性樹脂を含む材料を重合固化させた成形品をも、簡易に離型できることを見出した。

【0006】すなわち、本発明の樹脂組成物の成形方法は、重合性樹脂を含有する液状材料を型に注入し、固化

させて成形品を得る成形方法であって、型における材料が接する表面を研磨剤で研磨してこの表面の接触角を20°以下とする第1の工程と、研磨された表面に撥水剤を用いて撥水処理を施してこの表面の接触角を70°以上とする第2の工程と、撥水処理された型の表面を有する型に材料を注入し、化学反応によりその材料を重合させて固化させ、型の形状を固化した材料に転写させて所望の成形品を得る第3の工程とを備えることを特徴とする。

【0007】このような樹脂組成物の成形方法によれば、研磨剤によって、型における材料と接する表面が表層から徐々に削りとられ、微細な凹凸が略均一に形成されていき、表面は徐々にきめ細かい粗さの状態となる。そして、表面の接触角が20°以下となるまで研磨されると、表面はさらにきめ細かくなって略完全濡れの状態となり、実効的な表面積が従来に比して格段に増大される。この表面に撥水剤が用いられると、撥水剤は表面全体に満遍なく行き渡ると共に、撥水剤と接する表面積が大きいので、表面の撥水処理が確實且つ良好に施されて、従来に比して撥水効果が高められる。そして、このような撥水処理により表面の接触角が70°以上とされ、表面が略完全な疎水面とされるので、上記液状材料が重合固化される際に型の表面に固着しなくなり、固化された成形品が型から容易に剥離される。また、重合固化される材料が型の表面に固着しないので、固化時の収縮に起因する張力が材料に作用せず、成形品のひび割れが防止される。

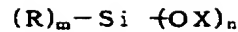
【0008】上記の作用は、研磨によって型を構成する部材の分子が表面に露出し、研磨するにしたがってその露出量が多くなり、よって、撥水剤に含まれる成分の分子との反応が促進され、その結果、研磨された表面への撥水剤の結合量が増大して十分な撥水効果が得られることによると推定される。

【0009】また、上記第2の工程において、撥水剤は下記式(1)で表されるケイ素含有化合物を含有する溶液であり、上記第1の工程で研磨された表面にその撥水剤を接触させた後、加熱処理を施すことによって表面の接触角を70°以上とすると好適である。

【0010】

* * 【化3】

式 (1)



〔但し、Rは下記式 (2) で表される基を示し、また、 $m+n$ は4、 $m=1\sim3$ の整数である。〕

式 (2)

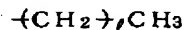


〔但し、 p は2~20の整数であり、 g 及び r は0 又は正の整数であり、

且つ $q+r=2p+1$ の関係を有する。〕

また、Xは水素原子 又は下記式 (3) で表される基を示す。

式 (3)



〔但し、 l は0 又は1~4の整数である。〕〕

【0011】このようにすると、上記式 (1) で表されるケイ素含有化合物が撥水性に優れると共に、例えば極性を有する官能基と結合力の高い化学結合を形成して表面に強固に固着される (すなわち被覆性に優れる) ため、表面の撥水効果が一段と高められる。

【0012】さらに、上記型がガラスより成る基板を有すると一層好適である。このようにすると、研磨によってその表面に水酸基 ($-OH$) が露出され、上記式

(1) で表されるケイ素含有化合物及び/又はその加水分解物とガラス表面の水酸基との脱水反応によりシロキサン結合が形成されると推定され、その結果、ガラス表面の撥水効果が一層高められると考えられる。

【0013】またさらに、上記第1の工程は、研磨対象である表面にアルカリ性物質を付着させてこの表面をアルカリ性雰囲気とした状態で研磨剤を用いて研磨することによって実施されることが好ましい。このようにすれば、型の表面がアルカリ処理されることによってその表面の研磨が促進されるため、所定の接触角となるまで研磨するのに要する時間が短縮される傾向にある。特に、型がガラスより成る場合には、水酸基 ($-OH$) が露出され易くなり、上記撥水剤に含まれるケイ素含有化合物との反応性が高められるので、撥水剤の付与量が増大されて撥水効果がより一層高められる傾向にある。

【0014】ここで、上記第1の工程において用いられる研磨剤としては、アルミナ、酸化セリウム、酸化クロ

ム及びダイヤモンドのうち少なくとも一物質から成る粉体又は該粉体を含むペーストが好適であり、また、この粉体の平均粒径は、2.0 μm 以下であると一層好適である。これらの研磨剤に含まれる物質の結晶は、硬度が大きくて研磨力が高く、常温で化学的に安定であり、且つ均一な微少粒径の粉体が得られるので、このような物質から成る研磨剤を用いて研磨することにより、研磨面に部分的なスクラッチ (引掻き傷) を生じることなく均一で良好な研磨が行われる。そして、研磨剤粉体の粒径を2.0 μm 以下とすると、1回の研磨工程で表面の接触角を20°以下とする研磨が実施できるので、比較的粒径が大きい粒子より成る研磨剤で予備研磨した後に、より微細な粒子から成る研磨剤で仕上研磨するといった2工程での研磨が必要がない。また、研磨剤をペースト状とすることにより、研磨剤自体に潤滑効果が与えられるので、研磨が速やかに行われる。

【0015】さらに、本発明の樹脂組成物の成形方法は、上記樹脂が下記式 (4) で表されるリン酸エステル化合物と銅イオンを主成分とするイオン性金属成分とを含有して成り、成形品が近赤外領域の光を吸収し且つ可視領域の光を透過させる光学フィルターである場合に適用されると有用である。

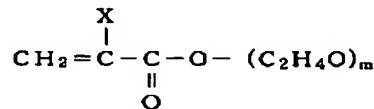
【0016】

【化4】

7
式 (4)

〔但し、Rは下記式 (5) で表される基を示し、nは1又は2である。〕

式 (5)



〔但し、Xは水素原子又はメチル基を示し、mは1～5の整数である。〕〕

【0017】重合性樹脂を含む材料に、不飽和二重結合を分子構造中に有するこのようなリン酸エステル化合物が含有されると、重合における架橋性が高められるので、なんら処理が施されていない型にその材料を注入して重合固化させると、型への固着が非常に強固となって成形品を離型することが極めて難しくなり、しかも重合収縮に起因する張力の作用により、成形品にひび割れが生じる傾向にある。一方、本発明の樹脂組成物の成形方法を用いると、型の表面の撥水性が上述の如く格段に高められるため、上記のような離型が極めて困難な材料が固化時に型に固着してしまうことが防止される。よって、成形品を容易に離型することができ、しかも成形品にひび割れが発生せず、且つ離型後の成形品の表面状態が良好となるので、離型後に成形品の表面を研磨したり機械加工しなくとも、光学フィルターのような光学部品としてそのまま使用することが可能となる。

【0018】また、上記樹脂は重合可能な樹脂であればよく、特に限定されるものではないが、アクリル系樹脂であると好ましい。アクリル系樹脂は、可視光透過特性に優れると共に、上記のリン酸エステル化合物との相溶性が非常に優れた樹脂なので、上述のような光学フィルター等の光学材料の母材として極めて有用である。しかし、アクリル系樹脂が上記のリン酸エステル化合物との相溶性において優れるが故に、アクリル系樹脂にこのようなリン酸エステル化合物が含まれる材料は、重合固化時の型への固着が極めて顕著であり、従来の型では必ずしも十分な離型性が達成できなかった。本発明の樹脂組成物の成形方法は、このような離型が極めて困難な材料であっても、材料の重合固化時に材料が型に固着してしまうことが防止されるので、このような材料から成る成形品に対しても、十分な離型性を達成することが可能である。

【0019】

【発明の実施の形態】以下、添付図を参照して本発明の実施形態を説明する。なお、同一の要素には同一の符号を付し、重複する説明を省略する。

【0020】まず、図1～図4により、本発明の樹脂組成物の成形方法に係る好適な一実施形態について説明す

る。図1は、本実施形態で使用される型の構成例を示す分解斜視図である。図1に示すように、型1は、型枠3aを、ガラスより成る基板1aとガラスより成る基板1bとで挟み、この型枠3aに型枠3bを嵌合して成っている。重合性樹脂を含有する材料2は、型枠3bに設けられた注入口31から、基板1aと基板1bとの間の空間に注入される。ここで、型1の組み立てと材料2の注入とに先立って、基板1a、1bにおける材料2が接する表面としての基板面11a、11bには次のような処理が施されている。

【0021】すなわち、基板面11a、11bは、その接触角が20°以下となるように研磨剤を用いて一旦研磨された後、今度は接触角が70°以上となるように撥水剤を用いて撥水处理が施されている。このとき用いられる研磨剤としては、一般に研磨剤として用いられる粒子等を利用することができ、好ましくは、アルミナ、酸化セリウム、酸化クロム及びダイヤモンドのうち少なくとも一物質から成る粉体又はこれら粉体を含むペーストが挙げられる。また、撥水剤としては、撥水性を有する一般的な表面被覆剤等を利用することが可能であり、好ましくは、上記式(1)で表されるケイ素含有化合物を含有する溶液が挙げられる。なお、材料2と接する枠体3a、3bの表面についても、基板面11a、11bに施工したと同様の研磨及び撥水处理を施すことが望ましいが、2枚の基板1a、1bの間隔が数mm程度であれば、特にそのような処理を施さなくとも、成形品の離型性に悪影響を及ぼすことは殆どない。

【0022】図2は、図1に示される型1に材料2が注入された状態を示す側面断面図である。図2に示す如く、材料2が基板1a、1bと型枠3a、3bとで画成された空間に封入された状態で重合固化され、この空間の形状(すなわち、型1の形状、図2の場合には平板状である)を有する成形品が作製される。このとき、成形品は、重合固化時の収縮によって多少収縮する。

【0023】図3は、本発明の樹脂組成物の成形方法に係る好適な一実施形態を示すフローチャートである。図3において、ステップSP1は、基板面11a、11bを研磨剤を用いて研磨し、これら基板面11a、11b

20

30

40

50

の接触角を 20° 以下とする工程（第1の工程）を示し、それに続くステップSP2は、研磨された基板面11a, 11bに撥水剤を用いて撥水处理を施し、基板面11a, 11bの接触角を 70° 以上とする工程（第2の工程）である。それに続くステップSP3は、撥水处理された基板面11a, 11bを有する基板1a, 1bを使用して組み立てた型1に、重合性樹脂を含有する材料2を注入し、化学反応により材料2を重合固化させ、型1の形状を固化した材料2に転写させて成形品を得る工程（第3の工程）を示す。以下、図3に示すフローチャートに沿って各工程について説明する。

【0024】まず、処理が開始（SP100）されると、ステップSP1において、図1及び図2に示す型1を構成する基板面11a, 11bの研磨剤による研磨が行われる（サブステップSP11）。このサブステップSP11では、洗浄された基板1a, 1bが定置され、その基板面11a, 11bがアルカリ性（好ましくはpHが9前後）を呈する溶液で濡らされる。そして、研磨剤として粒径（平均粒径）が $2.0\mu\text{m}$ 以下の粉体を含んだペーストを使用し、基板面11a, 11bをパフ材を使用して研磨する。研磨は人手で行ってもよいし、又はパフ材を連続回転可能な電動工具に装着して行ってもよい。研磨剤の粉体材料としては、アルミナ、酸化セリウム、酸化クロム及びダイヤモンドのうち少なくとも一物質から成るものが用いられる。そして、所定の時間研磨が行われた後、基板面11a, 11bは洗浄され、表面に付着した研磨剤やアルカリ性溶液が除去され、乾燥される（サブステップSP12）。

【0025】それから、この状態において、基板面11a, 11bの接触角が測定される。ここで「接触角」とは、基板1a, 1bが水平に静置された状態で、基板面11a, 11b上にイオン交換水の規定量を滴下し、その水滴と基板面11a, 11bとの成す角度として定義される。図4は、研磨された基板面11a, 11bに滴下された水滴の状態の一例を模式的に示す断面図である。図4に示すように、水滴7が基板面11a, 11bへ接している部分における水滴7外面の法線と基板面11a, 11bとの成す角度 θ_1 が接触角として測定される。そして、この測定値に基づいて、接触角が 20° 以下であるか否かが判断される（サブステップSP13）。接触角が 20° より大きい場合には、処理はサブステップSP11へと戻り、再度研磨される。一方、図4に示す如く、角度 θ_1 （接触角）が 20° 以下である場合には、研磨を終了し、処理はステップSP2へ移行される。なお、接触角の測定のために基板面11a, 11bに滴下されたイオン交換水は、乾燥及び／又は拭き取りにより除去される。

【0026】ステップSP2では、基板面11a, 11bが研磨された基板1a, 1bが、撥水剤としての上記式（1）で表されるケイ素含有化合物を含有する溶液に

浸漬される（サブステップSP21）。なお、基板面11a, 11bと撥水剤の溶液とが接すれば、基板1a, 1b全体を溶液中に浸漬する必要はない。ここで、撥水剤の溶媒としては、上記ケイ素含有化合物を溶解することが可能なものであればよく、例えばアルコール類が挙げられる。そして、上記ケイ素含有化合物は、そのままの化学形において、撥水剤として希釈して用いてもよいが、上記式（1）におけるXが上記式（3）で表される基である場合に、 $-\text{OX}$ で表されるアルコキシ基を加水分解によってシラノール基に変換してから用いてもよい。このような加水分解物とすると、撥水剤としての使用可能な期間が短くなる傾向にあるが、後述するサブステップSP22における加熱温度及び加熱時間を短縮できる観点から好ましく用いられる。

【0027】このような加水分解は、公知の方法により行うことができ、例えば、アルコキシ基を有する上記式（1）で表されるケイ素含有化合物をアルコールで希釈し、加水分解反応の当量に相当する量の水を加えるといった方法が挙げられる。このとき、加水分解の触媒として酸を加えることが望ましい。このような酸としては、特別に限定されるものではなく、例えば、塩酸、硫酸、リン酸等の無機酸類、酢酸、ギ酸、乳酸、パラトルエンスルホン酸等の有機酸等が挙げられる。また、これら触媒を用いると加水分解反応が激しく進行する傾向にあるので、この場合には、水の添加を徐々に行うことが好ましい。

【0028】次に、基板1a, 1bは撥水剤の溶液から引き上げられ、よく液切りされた後、 $40\sim 140^\circ\text{C}$ で数十分間、好ましくは $60\sim 80^\circ\text{C}$ で $20\sim 40$ 分間加熱される（サブステップSP22）。そして、室温まで冷却された基板面11a, 11bは水及び／又はアセトン若しくはアルコールで洗浄され、例えば埃の出難く且つ柔軟な繊維で拭きあげられ、乾燥される（サブステップSP23）。

【0029】この状態で、基板面11a, 11bの接触角が再び測定される。接触角の定義及び測定方法は上述したのと同様である。図5は、撥水处理された基板面11a, 11bに滴下された水滴の状態の一例を模式的に示す断面図であって、図5（a）は良好な撥水处理が施された基板面11a, 11bにおける例を示す模式図であり、図5（b）は更に良好な撥水处理が施された基板面11a, 11bにおける例を示す模式図である。図5（a）、（b）においては、角度 θ_2 , θ_3 が接触角として測定される。そして、この測定値に基づいて、接触角が 70° 以上であるか否かが判断される（サブステップSP24）。接触角が 70° より小さい場合には、処理はサブステップSP21へと戻り、再度撥水处理が行われる。なお、研磨された基板面11a, 11bの接触角が 20° 以下であって、上記の如く撥水处理が施されたときには、接触角が 70° を下回ることは殆どない。

したがって、万一、撥水处理後の接触角が 70° 下回った場合には、処理はサブステップSP11の研磨処理へと戻ってもよい。

【0030】一方、図5に示す如く、角度 $\theta 2$ 、 $\theta 3$

(接触角)が 70° 以上である場合には、撥水处理は終了し、処理はステップSP3へと移行する。なお、接触角の測定のために滴下された水滴は、乾燥及び／又は拭き取りにより除去される。なお、図3には図示しないが、ステップSP1及びステップSP2と同様な手順によって、材料2と接する枠体3a、3bの表面について、研磨と撥水处理が施されてもよい。但し、前述したように、型1における2枚の基板1a、1bの間隔が数mm程度であれば、特に処理を施さなくとも、成形品の離型性に悪影響を及ぼすことは殆どない。

【0031】次に、ステップSP3において、撥水处理が施された基板1a、1bと型枠3a、3bとを用いて、図1に示すように型1が組み立てられる(サブステップSP31)。そして、別途調製された樹脂を含む液状の材料2が、注入口31から型1内に注入され(サブステップSP32)た後、型1が閉止される(サブステップSP33)。それから、材料2の種類や量に適合した重合条件において、材料2が重合固化され(サブステップSP34)、成形品が離型され(サブステップSP35)てステップSP200において処理が終了する。

【0032】ここで、本発明の樹脂組成物の成形方法を適用して特に好適なる樹脂を含む材料2としては、特開平6-118228号公報に開示されている上記式

(4)で表されるリン酸エステル化合物と銅イオンを主成分とするイオン性金属成分とを含有して成るものが挙げられる。このような樹脂を含む材料2を用いると、成形品として近赤外領域の光を吸収し且つ可視領域の光を透過させることが可能な有用な光学フィルターが得られる。このリン酸エステル化合物の分子は、エチレンオキサイド基を介して、ラジカル重合性の官能基であるアクリロイルオキシ基又はメタクリロイルオキシ基が結合されているため、極めて重合性に富んでおり、種々の樹脂単量体と重合が可能であるという特性を有している。それ故に、このような成分を含む材料を型に注入して重合固化すると、型への固着が極めて強固となり、従来の型を用いた場合には離型が非常に困難である。ところが、本発明の樹脂組成物の成形方法を用いると、このような材料が重合硬化された成形品が容易に離型され、その表面が荒れたり、表面にバリが生じたりする虞がない。

【0033】上記のような実施形態によれば、型1における材料2と接する基板面11a、11bが表層から徐々に削りとられて非常にきめ細かくされ、撥水剤が基板面11a、11bの全体に満遍なく行き渡ると共に、撥水剤と接する表面積が大きくなるので、基板面11a、11bの撥水处理が確実且つ良好に実施されて撥水効果が高められる。したがって、従来に比して、重合固化さ

れた成形品の離型性を向上することができる。そして、材料が型へ固着してしまうことが防止されるので、重合固化時の収縮に起因する張力が材料に作用せず、成形品のひび割れを防止することが可能となる。

【0034】また、撥水剤として、撥水性と被覆性に優れる上記式(1)で表されるケイ素含有化合物を含有する溶液を用いるので、このような化合物が基板面11a、11bに強固に固着され、基板面11a、11bの撥水効果が一段と高められる。よって、成形品の離型性を一層向上することができる。

【0035】さらに、基板1a、1bがガラスより成り、研磨によってその基板面11a、11bに水酸基(—OH)が露出され、上記ケイ素含有化合物及び／又はその加水分解物とその水酸基との脱水反応によりシロキサン結合が形成されると考えられ、撥水剤と基板面11a、11bとの固着が一層強固となって撥水効果が一層高められる。その結果、成形品の離型性をより一層向上することができる。

【0036】またさらに、基板面11a、11bの表面がアルカリ処理されて研磨が促進されるため、所定の接触角となるまで研磨するのに要する時間を短縮できる。したがって、成形品の製造工数を短縮可能である。ここで、基板1a、1bがガラスより成り、水酸基(—OH)が露出され易くなって上記撥水剤に含まれるケイ素含有化合物との反応性が高められるので、撥水剤の付与量が増大されて撥水効果がより一層高められる。その結果、成形品の離型性を更に一層向上することが可能である。

【0037】また、研磨剤としては、硬度が大きくて研磨力が高く、常温で化学的に安定であり、且つ均一な微小粒径の粉体が得られるアルミナ、酸化セリウム、酸化クロム及びダイヤモンドのうち少なくとも一物質から成る粉体を用いて基板面11a、11bを研磨するので、基板面11a、11bに部分的なスクラッチを生じることなく均一で良好な研磨が行われる。そして、研磨剤粉体の粒径が平均 $2.0\mu\text{m}$ 以下のものを用いるので、1回の研磨工程で効率よく表面の接触角を 20° 以下とする研磨が実施できる。また、研磨剤をペースト状として用いるため、研磨剤自体の潤滑効果によって研磨を速やかに実施できる。

【0038】加えて、重合固化される際に型への固着が非常に強固となって容易に離型できない虞のある化合物(その分子中に重合可能な不飽和二重結合を有しているもの)と樹脂とを含む材料を重合固化させたときにも、良好な離型性が得られるので、そのような材料が重合固化された成形品にバリやひび割れ等が生ぜず、表面状態が良好である。したがって、成形品の表面を研磨や機械加工等によって仕上げる必要がなく、製造工程を短縮することが可能である。

【0039】なお、上記実施形態においては、型1を構

10

20

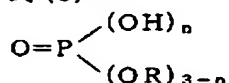
30

40

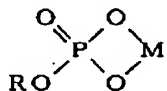
50

成する基板として平板状の基板1a, 1bを用いて平板状の成形品を得る場合について述べたが、本発明はこのような形状にのみ限定されるものではない。図6は、本発明の樹脂組成物の成型方法に用いられる型の他の構成例を示す分解斜視図である。図6に示すように、型5は、曲面を有する基板5a, 5bがガスケット4に嵌合される構造であり、ガスケット4の側壁に設けられた注入口41から材料2が型5内に注入される。基板5a, 5bにおける材料2と接する表面51a, 51bには、上記の実施形態と同様の研磨と撥水处理とが施されている。図7は、図6に示される型5に材料2が注入された状態を示す断面図である。図7に示すように、この型5は、曲面を有する成形品、例えば、眼鏡レンズ等の成形品の製作に適用され得るものである。

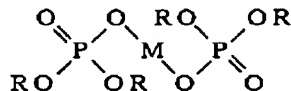
式(6)



式(7)

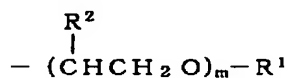


式(8)

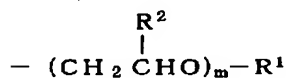


[但し、Rは、それぞれ独立して下記式(9)又は下記式(10)で表される基を示し、Mは銅イオンを示し、nは1又は2である。]

式(9)



式(10)



(但し、R¹は、炭素数が1~20のアルキル基を示し、
R²は、水素原子又は炭素数が1~4のアルキル基を示し、
mは1~6の整数である。)]

【0042】(C)成分：銅イオン及び下記式(11)で表されるリン酸エステル化合物より成る成分
(D)成分：下記式(12)又は下記式(13)で表さ

*【0040】また、上記実施形態においては、重合固化用の材料2として、上記式(4)で表される重合性を有するリン酸エステル化合物と銅イオンを主成分とするイオン性金属成分とを含有して成るものについて述べたが、材料2として、下記(A)成分、下記(B)成分、下記(C)成分及び下記(D)成分のうち少なくとも一つの成分を含有するものに、本発明の方法を適用しても好適である。

(A)成分：銅イオン及び下記式(6)で表されるリン酸エステル化合物より成る成分

(B)成分：下記式(7)又は下記式(8)で表されるリン酸エステル銅化合物より成る成分

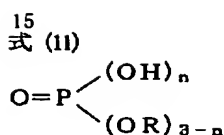
【0041】

【化5】

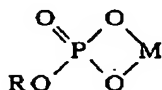
れるリン酸エステル銅化合物より成る成分

【0043】

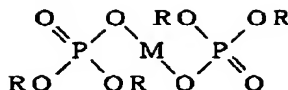
【化6】



式 (12)

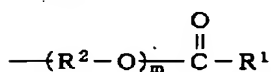


式 (13)

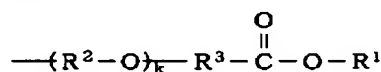


〔但し、Rは、それぞれ独立して下記式 (14) 又は下記式 (15) で表される基を示し、Mは銅イオンを示し、nは1又は2である。〕

式 (14)



式 (15)



(但し、R¹ は、炭素数が1～20のアルキル基を示し、

R² は、炭素数が1～6のアルキレン基を示し、R³ は、炭素数が、

1～10のアルキレン基を示し、mは1～6の整数であり、kは

0～5の整数である。) 〕

【0044】

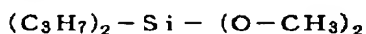
【実施例】以下、本発明の実施例を説明するが、本発明がこれらによって限定されるものではない。

【0045】〈実施例1〉図1に示す基板1a、1bとしてのガラス平板の表面を水で洗浄した後、この表面にアルカリ性溶液(pHは約9)と、研磨剤としての酸化セリウム粉末(三井金属鉱業(株)製の製品名「ミレーク801」;平均粒径1.5μm以下)とを適量散出させ、所謂琢磨用パフを用いて人手により研磨(琢磨)した。そして、研磨された面を水で洗浄して風乾し、この研磨された面の接触角の測定を行った後、そのガラス平板を撥水剤として下記式(16)で表されるケイ素含有化合物のエタノール溶液(重量濃度1.5%)中に浸漬した。そして、そのガラス平板を溶液中から引き上げ、液を切ってから、60～80℃の範囲で20～40分間加熱した。その後、室温まで冷却し、表面をアセトンで洗浄しながら柔軟な布で拭きあげ、乾燥させて撥水処理された表面の接触角を測定した。

【0046】

【化7】

式 (16)



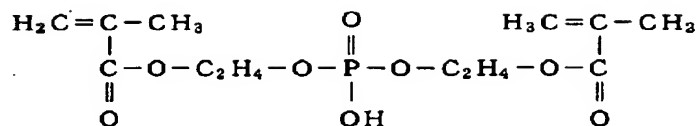
【0047】接触角の測定は次のように行った。乾燥されたガラス平板を水平に静置した状態で、処理が施された表面上にマイクロシリンジを用いてイオン交換水2μgを静かに滴下した。そして、側面からその水滴の拡大像を観察し、JIS-K3200に定義される接触角の測定を行った。その結果、研磨された状態の表面の接触角は、5°であった。また、さらに撥水処理が施された状態の表面の接触角は、170°であった。

【0048】また、下記式(17)で表されるリン酸エステル化合物10重量部と、下記式(18)で表されるリン酸エステル化合物10重量部と、メチルメタクリレート58.5重量部と、ジエチレングリコールジメタクリレート20重量部と、α-メチルスチレン1.5重量部とを良く混合して混合単量体を得た。この混合単量体に、無水安息香酸銅14重量部(混合単量体100重量部に対する銅イオンの含有量が2.9重量部)を添加し、60℃で攪拌混合することによって十分に溶解させ、更にt-ブチルパーオキシビパレート2.0部を添加して重合固化用の材料を得た。

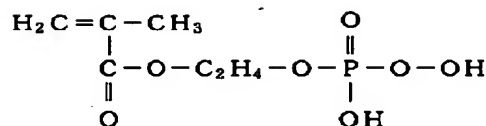
【0049】

【化8】

式 (17)



式 (18)



【0050】次に、この材料を、上記のように研磨と撥水処理とを施したガラス平板2枚から成る図1の型1のような平行平板状の型（板間の幅1mm）に注入し、その型を固定して45℃で16時間、60℃で8時間、90℃で3時間と順次異なる温度で加熱して重合固化させた。そして、型の固定を解除したところ、固化された成形品は型の表面に固着しておらず、ガラス平板から容易に剥離された。このような成形品の製造を繰り返して離型性を検証したところ、全ての成形品が容易に離型され、離型後の成形品の表面状態も良好であり、製品としての歩留まりは100%であった。

【0051】そして、この成形品（光学フィルター）の物性を調べた結果、比重は1.24と小さく、屈折率は1.505であった。また、80℃で5時間乾燥した後、25℃の水中に24時間浸漬し、浸漬前における重量W1（g）及び浸漬後における重量W2（g）から、 $W = (W2 - W1) / W1 \times 100 (\%)$

の関係により求めた吸水率W（%）は0.9重量%であり、浸漬後における失透も認められず、耐候性に優れたものであることが判明した。さらに、この成形品について、分光光度計を用いて分光透過率（光線透過率）を測定した結果を図8の曲線G1に示す。この曲線G1より、この成形品は、近赤外領域（波長800～1000nm）の光を効率よく吸収し、且つ可視領域の光をよく透過する特性を有しており、近赤外線吸収性の光学フィルターとして有用であることが判明した。なお、上記の水に浸漬した後の成形品についても同様に分光透過率を測定したところ、浸漬前の分光透過率と同様の特性を示した。

【0052】〈比較例1〉ガラス平板の表面に何の処理も施さなかった以外は上記実施例1と同一の条件で、同じ材料を用いて重合固化して成形品を製作したところ、この場合の成形品は型と固着してしまい、型から剥離することが非常に困難であった。離型できた成形品も表面

の状態は良好ではなく、製品として使用するには研磨等を行う必要があった。よって、製品としての歩留まりは0%であった。

【0053】〈実施例2〉上記式（17）で表されるリン酸エステル化合物15重量部と、上記式（18）で表されるリン酸エステル化合物15重量部と、メチルメタクリレート45重量部と、1,4-ブタンジオールジアクリレート20重量部と、メタクリル酸5重量部とを良く混合して混合単量体を得た。この混合単量体に、無水酢酸銅15重量部（混合単量体100重量部に対する銅イオンの含有量が5.3重量部）と、シュウ酸鉄（II）2水和物1重量部とを添加し、60℃で攪拌混合することによって十分に溶解させ、更にt-ブチルパーオキシピバレート2.0部を添加して重合固化用の液状材料を得た。そして、この材料を、上記実施例1と同様に重合固化し、成形品の離型性を評価したところ、製品としての歩留まりは100%であった。また、分光光度計を用いて分光透過率を測定した結果を図8の曲線G2に示す。この曲線G2より、この成形品は実施例1と同様に、近赤外領域（波長800～1000nm）の光を効率よく吸収し、且つ可視領域の光をよく透過する特性を有しており、近赤外線吸収性の光学フィルターとして十分使用できることが確認された。なお、耐候性についても実施例1と同様に良好であった。

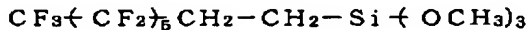
【0054】〈比較例2〉ガラス平板の表面に何の処理も施さなかった以外は上記実施例2と同一の条件で、同じ材料を用いて重合固化して成形品を製作したところ、この場合の成形品は型と固着してしまい、型から剥離することが非常に困難であった。離型できた成形品も表面の状態は良好ではなく、光学フィルター等の製品として使用するには研磨等を行う必要があった。そして、比較例1と同様に製品としての歩留まりは0%であった。

【0055】〈実施例3〉図1に示す基板1a、1bとしてのガラス平板の表面を水で洗浄した後、その表面

を、研磨剤として酸化アルミニウム粉末（BAIKAL OX（登録商標）、粒径 $1\mu\text{m}$ ）を使用し、琢磨用パフを用いて人手により研磨した。その研磨されたガラス面を水でよく洗浄、風乾し、この研磨面の接触角の測定を行ったところ 5° であった。次に、下記式（19）で表されるケイ素含有化合物を重量濃度2%になるようにメタノールに希釈し、塩酸を当量の水で希釈した酸性水（pHは約3）の滴下を行いながら加水分解せしめて撥水剤溶液を調製した。この撥水剤溶液に研磨したガラス平板を浸漬した後、よく液を切ってから 60° で20分間加熱した。その後室温まで放冷し、表面をエタノールで洗浄しながら柔軟な布で拭き上げ、乾燥させてから撥水处理された表面の接触角を測定したところ、 160° であった。こうして撥水处理を行ったガラス平板2枚を上記実施例1と同様に組み立て、実施例1と同じ重合固化用の材料を注入して重合固化した。この成形品の離型性は非常に良好であり、製品としての歩留まりは100%であった。

【0056】

【化9】
式(19)



【0057】

【発明の効果】以上説明したように、本発明の樹脂組成物の成形方法によれば、型における材料と接する表面を研磨剤を用いて研磨することにより、表面が表層から徐々に削りとられて非常にきめ細かくされて撥水剤が表面全体に満遍なく行き渡ると共に、撥水剤と接する表面積が大きくなり、表面の撥水处理が確実且つ良好に実施されて撥水効果が格段に高められる。したがって、本発明

の樹脂組成物の成形方法によれば、従来の型を用いた成形方法では、型へ固着して離型性が悪く、しかも成形品にひび割れ生じてしまう重合性樹脂を含有する材料に対しても、十分な離型性を達成することが可能となる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の樹脂組成物の成形方法に係る好適な一実施形態において使用される型の構成例を示す分解斜視図である。

【図2】図1に示される型に材料が注入された状態を示す側面断面図である。

【図3】本発明の樹脂組成物の成形方法に係る好適な一実施形態を示すフローチャートである。

【図4】研磨された基板面（表面）に滴下された水滴の状態の一例を模式的に示す断面図である。

【図5】撥水处理された基板面（表面）に滴下された水滴の状態の一例を模式的に示す断面図であって、図5

（a）は良好な撥水处理が施された基板面における例を示す模式図であり、図5（b）は更に良好な撥水处理が施された基板面における例を示す模式図である。

【図6】本発明の樹脂組成物の成型方法に用いられる型の他の構成例を示す分解斜視図である。

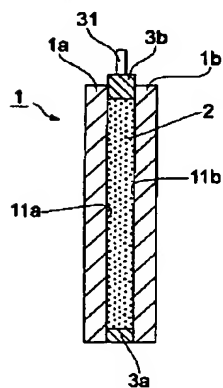
【図7】図6に示される型に材料が注入された状態を示す断面図である。

【図8】実施例1及び実施例2に係る成形品の分光透過率曲線を示すグラフである。

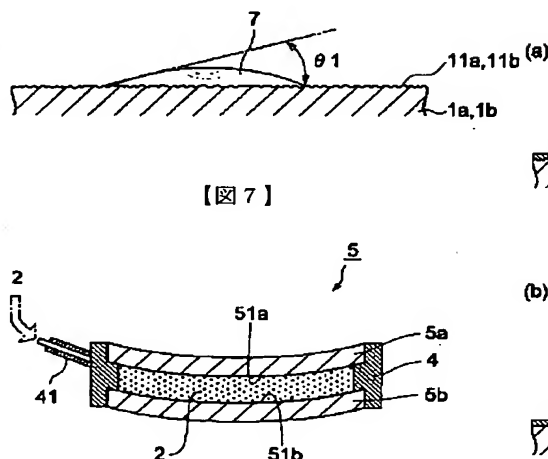
【符号の説明】

1…型、1a、1b、5a、5b…基板、2…材料、11a、11b、51a、51b…基板面（表面）、SP1…ステップ（第1の工程）、SP2…ステップ（第2の工程）、SP3…ステップ（第3の工程）、 θ_1 、 θ_2 、 θ_3 …角度（接触角）。

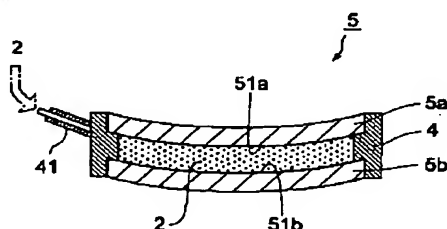
【図2】



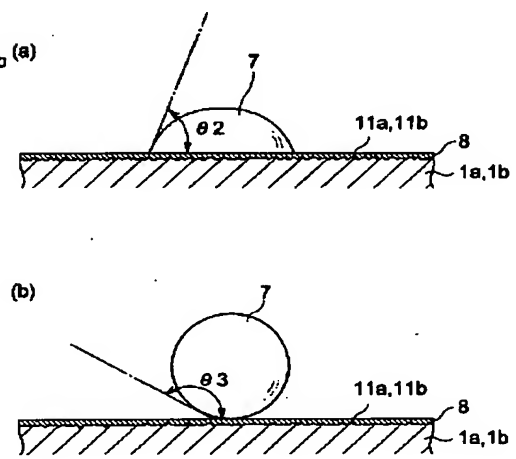
【図4】



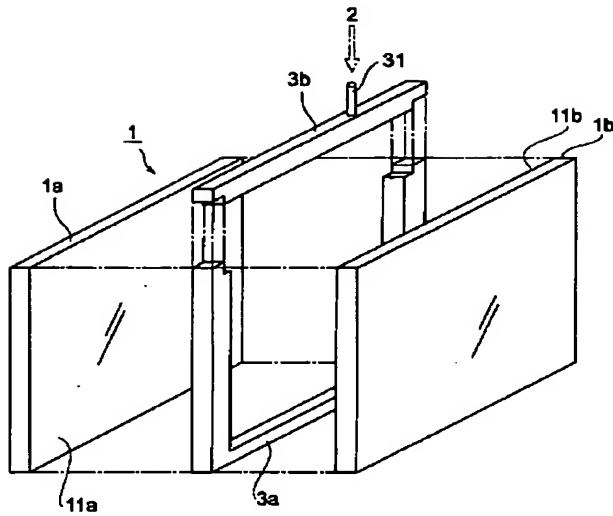
【図7】



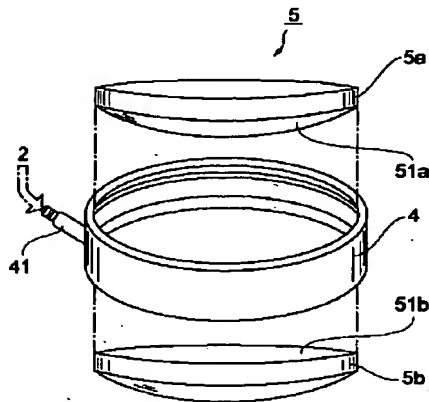
【図5】



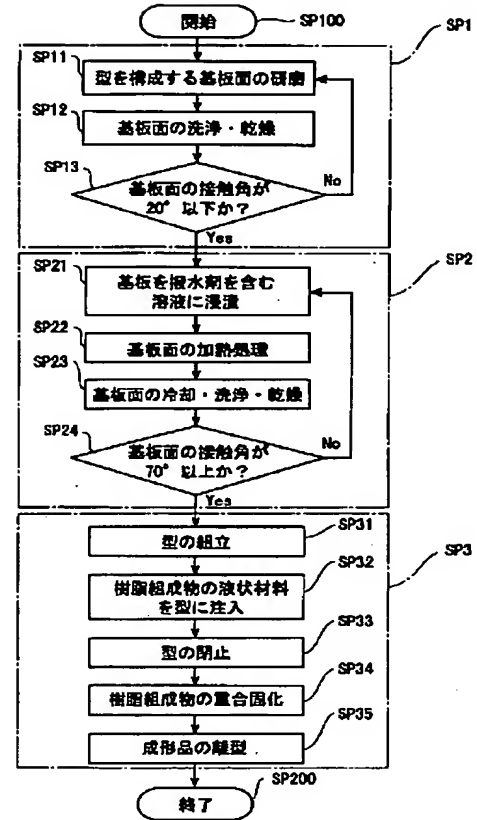
【図1】



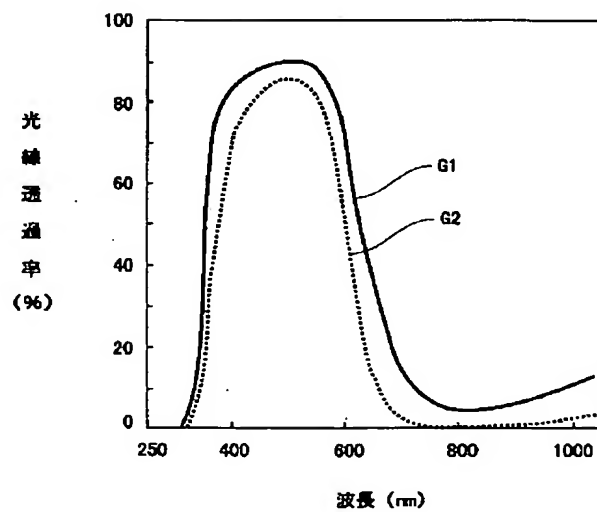
【図6】



【図3】



【図8】



フロントページの続き

(51) Int. Cl. 7

識別記号

F I

ターマコード (参考)

// G 0 2 B 3/00

G 0 2 B 3/00

B 2 9 L 11:00

(72) 発明者 上遠野 浩樹

福島県いわき市錦町落合16 呉羽化学工業
株式会社錦工場内F ターム (参考) 4F202 AA21 AB04 AB19 AB22 CA01
CB01 CK81 CM46 CM47

(72) 発明者 庄司 益宏

福島県いわき市錦町落合16 呉羽化学工業
株式会社錦工場内

4F204 AA21 AB04 AB19 AB22 EA03

EA04 EB01 EK07 EK24

4J002 BG051 BG071 EG077 EW046

GP00

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☐ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☐ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER:** _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.